

**APLIKASI PENGOLAHAN POLUTAN ANION KHROM(VI) DENGAN  
MENGUNAKAN AGEN PENUKAR ION *HYDROTALCITE Zn-Al-SO<sub>4</sub>*  
(*Synthesis of and its Application to Treat Chrom(VI) Pollutant Using  
Hydrotalcite Zn-Al-SO<sub>4</sub> as Anion Exchanger*)**

**Roto\*, Iqmal Tahir\*\*, dan Umi Nur Sholikhah\***

\*Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA  
Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara, Yogyakarta 55281

\*\*Laboratorium Kimia Fisik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA  
Universitas Gadjah Mada, Sekip Utara, Yogyakarta 55281

\*Contact person : tel/fax : 0274/545188; email : roto05@ugm.ac.id

Diterima: 6 Januari 2009

Disetujui: 20 Januari 2009

**Abstrak**

Keberadaan logam khrom di dalam sistem perairan bersifat polutan yang harus ditangani dengan baik, dan untuk khrom(VI) yang sering dijumpai dalam bentuk anion dapat diolah dengan menggunakan mekanisme pertukaran ion. Suatu agen penukar anion telah dibuat berupa senyawa hidrotalsit  $Zn-Al-SO_4$  melalui proses sintesis, karakterisasi serta dilakukan pula pengujian aplikasinya untuk pengurangan polutan anion khrom (VI) dalam bentuk ion dikromat. Sintesis hidrotalsit  $Zn-Al-SO_4$  dilakukan dengan metode stoikiometri pada pH 8 dan perlakuan hidrotermal. Aplikasi pertukaran dikromat dengan anion sulfat dalam antarlapis hidrotalsit serta uji regenerasi bahan diamati dengan bantuan analisis struktur dan analisis kinetika reaksi pertukaran. Produk pertukaran ion dikarakterisasi dengan XRD, spektrofotometri IR dan spektrometri serapan atom.

Rumus kimia hidrotalsit produk diketahui adalah  $Zn_{0,74}Al_{0,26}(OH)_{1,74}(SO_4)_{0,13} \cdot 0,52H_2O$ . Anion dikromat dapat menukar sulfat dalam antarlapis hidrotalsit yang ditunjukkan dalam spektra IR dan pola XRD. Kapasitas pertukaran anion untuk dikromat diketahui 216,84 mek/100 g, sedangkan kinetika reaksi pertukaran ion mengikuti orde dua dengan  $k = 3 \times 10^{-8} \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{detik}^{-1}$ . Hasil menunjukkan  $Zn-Al-Cr_2O_7$  dapat mudah diregenerasi.

**Kata kunci:** hidrotalsit, penukar ion, dikromat

**Abstract**

*Chrom as pollutant in aquatic system usually establishes as chrom (VI) and should be worked with special treatment and as an example is ion exchanger. Material  $Zn-Al-SO_4$  hydrotalcite product have been synthesized and its application as anion exchanger for dichromate have been studied. Synthesis of  $Zn-Al-SO_4$  hydrotalcite was carried out by stoichiometric method at pH 8 and hydrothermal treatment. Sulphate in hydrotalcite interlayer was exchanged by dichromate. Kinetics of ion exchange was also investigated. The product of ion exchange was characterized by XRD, IR spectrophotometry and atomic adsorption spectrometry. The chemical formula of the hydrotalcite is  $Zn_{0,74}Al_{0,26}(OH)_{1,74}(SO_4)_{0,13} \cdot 0,52H_2O$ . The dichromate anion can exchange sulphate in hydrotalcite interlayer as showed by IR spectra and XRD patterns. The anion exchange capacity was 216.84 mek/100 g, and the kinetics of ion exchange reaction follows the second order with  $k = 3 \times 10^{-8} \text{ ppm}^{-1} \cdot s^{-1}$ . It shows that  $Zn-Al-Cr_2O_7$  could be regenerated easily.*

**Keywords:** hydrotalcite, anion exchanger, dichromate

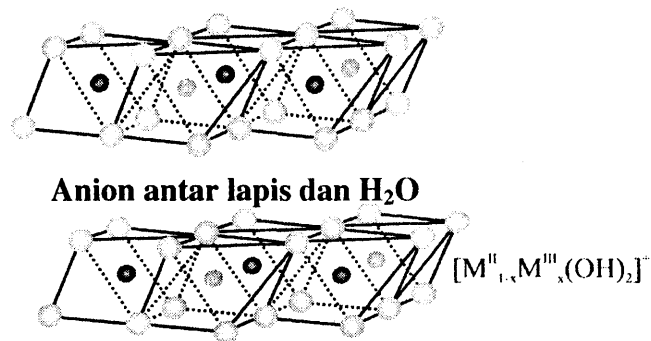
## PENDAHULUAN

Logam khrom diketahui banyak berperan dalam menunjang berbagai sektor industri misal pada industri logam, penyepuhan (elektroplating), penyamakan kulit, zat warna dan cat serta berbagai sektor lainnya. Namun demikian penggunaan khrom tersebut dapat mengakibatkan hasil samping berupa buangan limbah yang berpotensi mencemari lingkungan. Khrom diketahui termasuk logam berat dengan dampak bahaya yang cukup besar dan harus diwaspadai. Bentuk spesies logam kromium menentukan toksisitas. Spesies Cr(VI) dalam perairan bersifat sangat toksik, korosif, karsinogenik dan memiliki kelarutan yang sangat tinggi. Oksigen terlarut dalam perairan dapat mengoksidasi spesies Cr(III) menjadi Cr(VI) secara lambat pada temperatur kamar. Akumulasi kromium dengan konsentrasi sebesar 0,1 mg/g berat badan dapat mengakibatkan kematian. Batas ambang maksimum dalam air minum adalah 0,05 mg/L. Sifat toksik logam kromium cukup berbahaya bagi manusia, yaitu mengakibatkan kanker paru-paru, luka bernanah kronis dan merusak selaput tipis hidung (Kustiani, 2005).

Kondisi pH lingkungan mempengaruhi distribusi spesies Cr. Karakter kromat dapat mengalami transformasi bilangan oksidasi. Krom (VI) dalam perairan mempunyai dua bentuk dalam larutan, yaitu sebagai anion-anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (dalam larutan asam) dan  $\text{CrO}_4^{2-}$  (dalam larutan basa) (Manahan, 2000). Meskipun penanganan limbah mengandung krom dapat dilakukan dengan pengendapan yakni dengan pengaturan pH, namun efektivitas masih perlu ditingkatkan. Alternatif lain adalah dengan menggunakan adsorben, tetapi mengingat ukuran anion relatif besar, hal ini masih juga belum efektif. Alternatif yang diharapkan paling tepat adalah dengan menggunakan mekanisme

pertukaran anion dan untuk itu diperlukan suatu agen penukar anion untuk dapat mengolah ion khrom (VI) ini (Miyata, 1983). Produk penukar anion yang umum berupa resin dan harganya relatif mahal khususnya bila dibandingkan dengan penukar kation. Salah satu bahan alternatif yang memiliki potensi sebagai penukar anion adalah dengan memanfaatkan bahan sejenis lempung yang disebut dengan hidrotalsit.

Hidrotalsit merupakan jenis lempung anionik tetapi bahan ini tidak begitu populer dan jarang terdapat di alam khususnya apabila dibandingkan dengan jenis lempung kationik seperti smektit atau montmorilonit. Struktur lempung anionik diturunkan dari struktur *brucite* di mana ion pusat akan mengikat enam anion hidroksida dalam bentuk oktahedral (Frost dkk., 2006). Gambar 1 menunjukkan struktur kristal hidrotalsit dengan anion dan air pada antarlapis. Hidrotalsit sebagai lempung anionik mempunyai formula umum  $[\text{M}_{1-x}^{2+}\text{M}_x^{3+}(\text{OH})_2]^{b-}[\text{A}^{n-}]_{b/n} \cdot m\text{H}_2\text{O}$ .  $\text{M}^{2+}$  merupakan kation divalen,  $\text{M}^{3+}$  adalah kation trivalen dan  $\text{A}^{n-}$  adalah anion organik maupun anorganik antarlapis yang dapat dipertukarkan. Spesies anion penukar dapat berupa anion organik atau anorganik, sederhana atau kompleks. Parameter  $b$  merupakan muatan lapisan dan  $m$  merupakan jumlah molekul  $\text{H}_2\text{O}$  (Kloprogge dkk., 2004). Hidrotalsit yang masih jarang ditemukan di alam mempunyai potensi untuk diteliti dan dikembangkan lebih lanjut. Bagian antarlapis pada hidrotalsit berisi anion dan air yang bersifat bebas berpindah dengan memutus ikatannya dan membentuk ikatan baru. Air tersebut dapat dieliminasi tanpa merusak struktur inti hidrotalsit. Muatan negatif anion tersebut dapat mengalami pertukaran anion secara reversibel. penambahan kation dan molekul air terjadi dalam pertukaran muatan positif lapisan utama *brucite* (Bish, 1980).



**Gambar 1. Struktur kristal hidrotalsit (Reny, 2007)**

Keberadaan anion antarlapis dapat menyebabkan interaksi dengan kation logam. Gugus hidroksi pada bidang lapis dapat berinteraksi dengan kation logam (Wijayadi, 2008). Sasaki dkk. (2005) telah melakukan penukaran anion pada Co-Al-CO<sub>3</sub> hidrotalsit dengan anion penukar Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>, asetat, laktat, dodesil sulfat, dan oleat dengan metode garam asam. Selain sebagai penukar ion, hidrotalsit mempunyai beberapa aplikasi yaitu sebagai katalis, pengemban katalis, bidang industri, obat dan adsorben (Cavani dkk., 1991).

Kemampuan suatu bahan untuk diregenerasi merupakan faktor yang perlu dipertimbangkan dalam penggunaan bahan tersebut. Sebagian besar bahan sintetik sulit diregenerasi sehingga dapat berpengaruh terhadap lingkungan. Bahan yang mampu diregenerasi akan memberikan nilai ekonomi yang tinggi. Albers dkk. (1999) mempatenkan regenerasi absorbat (misal melalui reduksi sulfat menjadi sulfit) dapat mengakibatkan pelepasan gas panas. Keikutsertaan sejumlah kecil komponen vanadium oksida dalam kontak padatan mendorong proses reduksi sulfat selama regenerasi hidrotalsit.

Hidrotalsit dengan kapasitas pertukaran anion yang tinggi dan mudah diregenerasi dapat dijadikan pilihan utama dalam aplikasi penukar anion. Pada makalah ini diuraikan mekanisme, kapasitas dan kinetika pertukaran anion Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>. Setelah Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> memasuki ruang antarlapis,

kapasitas pertukaran anion dapat ditentukan sehingga dapat digunakan untuk perbandingan kapasitas pertukaran kedua anion tersebut pada hidrotalsit Zn-Al-SO<sub>4</sub>. Hasil pertukaran anion dengan kedua anion tersebut diharapkan mudah diregenerasi.

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah memperoleh informasi mekanisme pertukaran anion SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> pada antarlapis hidrotalsit dengan anion Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> dan gambaran proses regenerasi ion-ion kembali melalui pertukaran anion, dan memperoleh informasi mengenai kapasitas pertukaran anion dikromat dalam hidrotalsit Zn-Al-SO<sub>4</sub>.

## METODE PENELITIAN

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari Merck antara lain aluminium kalium sulfat (AlK(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O), seng sulfat (ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O), natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl), asam nitrat (HNO<sub>3</sub>), kalium dikromat (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) dan kalium sulfat (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dengan kualitas *analytical grade* serta indikator pH universal. Bahan lain berupa gas nitrogen yang diproduksi oleh PT Samator serta akuabides dan akuades.

### Peralatan

Alat-alat yang digunakan untuk preparasi meliputi peralatan gelas, neraca analitik merek Shimadzu, oven, *hot plate* dan *magnetic stirrer*, kertas saring Whatman No. 42, pHmeter, sentrifuge, lumpang dan mortal. Instrumentasi yang digunakan untuk karakterisasi produk meliputi spektrofotometer IR Shimadzu FTIR-8201 PC, difraktometer sinar-X Shimadzu XRD-6000 dan spektrometri serapan atom Perkin Elmer 3110, USA.

### Prosedur

#### Sintesis dan karakterisasi hidrotalsit Zn/Al (Roto dkk, 2006)

Hidrotalsit Zn/Al disintesis menggunakan metode stoikiometri. Seng sulfat ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) dan aluminium kalium sulfat ( $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) dengan perbandingan mol 3:1 yaitu 8,626 g seng sulfat dan 3,783 g aluminium kalium sulfat masing-masing dilarutkan dalam akuades sampai volume 100 mL lalu dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit. Keduanya dicampur dalam labu leher tiga dengan tetap dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 30 menit. Natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) 0,070 mol yaitu 0,280 g dilarutkan menggunakan akuades sampai volume 100 mL, dialiri gas  $\text{N}_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 15 menit, ditambahkan ke dalam labu leher tiga. Selama reaksi berlangsung tetap dilakukan pengadukan dan dialiri dengan gas  $\text{N}_2$  selama 2 jam. Nilai pH larutan dicek menggunakan indikator pH universal. Campuran tersebut dimasukkan dalam botol teflon untuk selanjutnya dilakukan proses pemanasan pada temperatur 100 °C selama 15 jam. Padatan yang diperoleh dari hasil hidrotermal dipisahkan menggunakan sentrifuge selama 15 menit dengan kecepatan 2500 rpm kemudian dicuci dengan akuades. Hasil yang diperoleh

dipanaskan dalam oven pada temperatur 60 °C selama 12 jam.

Struktur produk dikarakterisasi menggunakan X-ray difraktometer dan spektroskopi inframerah. Produk hidrotalsit Zn/Al kering dikarakterisasi secara fisik menggunakan *X-ray diffractometer* (XRD) dengan kisaran sudut  $2\theta = 2-70^\circ$  dan laju *scanning*  $2\theta$  0,02°/detik. Hidrotalsit Zn/Al kering juga dianalisis menggunakan spektrofotometer inframerah (IR).

Penentuan komposisi kimia produk ditentukan dengan jalan analisis kandungan logam menggunakan spektroskopi serapan atom. Hidrotalsit Zn/Al sebanyak 50,0 mg dilarutkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,1 M hingga 10 mL. Larutan tersebut diencerkan menggunakan akuabides dalam labu takar 100 mL sampai batas. Larutan ini digunakan untuk analisis kandungan logam Al. Analisis kandungan logam Zn dilakukan dengan pengenceran larutan sampai konsentrasi 5 ppm. Larutan standar  $\text{Al}^{3+}$  dibuat dengan melarutkan 0,139 g  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  ke dalam akuabides sampai volume 100 mL sehingga diperoleh larutan  $\text{Al}^{3+}$  dengan konsentrasi 100 ppm. Untuk analisis kandungan  $\text{Al}^{3+}$  digunakan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80 dan 100 ppm sehingga larutan diencerkan untuk konsentrasi dibawah 100 ppm. Larutan standar untuk analisis kandungan logam Zn dibuat dengan cara melarutkan 25,0 mg  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ke dalam akuabides sampai volume 250 mL sehingga diperoleh larutan  $\text{Zn}^{2+}$  dengan konsentrasi 25 ppm. Larutan tersebut diencerkan menggunakan akuabides untuk mendapatkan konsentrasi Zn 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 ppm. Larutan sampel dan larutan standar dianalisis menggunakan AAS.

Kadar air, untuk penentuan struktur dilakukan dengan jalan analisis  $\text{H}_2\text{O}$  bebas dan  $\text{H}_2\text{O}$  kristal. Hidrotalsit Zn/Al sebanyak 0,250 g HGT ditempatkan pada kurs porselen, dipanaskan pada temperatur 105 °C selama 3 jam. Hasil pemanasan

ditimbang dengan neraca analitik. Selisih massa sebelum dan setelah dipanaskan merupakan massa  $\text{H}_2\text{O}$ . Kandungan  $\text{H}_2\text{O}$  kristal juga ditentukan dengan gravimetri. Hasil uji penentuan  $\text{H}_2\text{O}$  bebas dipanaskan kembali pada temperatur  $180^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Selisih berat pada uji  $\text{H}_2\text{O}$  bebas dengan setelah pemanasan pada temperatur  $180^\circ\text{C}$  merupakan  $\text{H}_2\text{O}$  kristal pada produk.

#### **Pertukaran anion $\text{SO}_4^{2-}$ dengan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ pada hidrotalsit Zn/Al hasil sintesis**

Hidrotalsit Zn/Al hasil sintesis sebanyak 0,100 g dilarutkan menggunakan akuades sampai volume 25 mL diaduk dan dialiri dengan  $\text{N}_2$  selama 1 jam. Larutan tersebut ditambah dengan 0,13 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang dilarutkan menggunakan akuades hingga 25 mL kemudian diaduk dan dialiri  $\text{N}_2$  selama 2 jam. pH larutan dipertahankan berkisar 6 dan eksperimen dilakukan pada suhu kamar. Pemisahan padatan dan larutan dilakukan menggunakan sentrifuge 2500 rpm selama 15 menit. Cairan yang diperoleh dianalisis dengan AAS dan padatan yang diperoleh dicuci dengan akuades bebas ion lalu disentrifuse 2500 rpm. Padatan dipanaskan dalam oven dengan temperatur  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Padatan kering ditimbang dan dianalisis dengan XRD dan IR.

Karakterisasi senyawa hasil pertukaran anion  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$  pada hidrotalsit Zn/Al dilakukan menggunakan XRD, IR dan AAS. Analisis kandungan logam  $\text{Fe}^{2+}$  menggunakan AAS dilakukan dengan pengenceran larutan hasil pemisahan saat sentrifugasi. Faktor pengenceran disesuaikan dengan kisaran konsentrasi larutan standar. Larutan ini sebagai larutan sampel yang akan dianalisis untuk mengetahui kapasitas penukar anion. Larutan standar  $\text{Fe}^{2+}$  dibuat dengan melarutkan 0,037 g  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ke dalam akuabides sampai volume 100 mL sehingga diperoleh larutan  $\text{Fe}^{2+}$  dengan

konsentrasi 50 ppm. Analisis kandungan  $\text{Fe}^{2+}$  digunakan konsentrasi 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 16; 20 ppm sehingga perlu dilakukan pengenceran. Larutan sampel dan larutan standar dianalisis menggunakan AAS.

Karakterisasi hasil uji pertukaran anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  pada hidrotalsit Zn/Al dilakukan dengan cara yang sama. Larutan standar Cr(VI) dibuat dengan melarutkan 0,014 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ke dalam akuabides sampai volume 100 mL sehingga diperoleh larutan Cr(VI) dengan konsentrasi 50 ppm. Untuk analisis kandungan Cr(VI) digunakan variasi konsentrasi 0; 2; 4; 6; 8; 10; 12; 16; 20 ppm sehingga perlu dilakukan pengenceran.

#### **Studi kinetika pertukaran anion $\text{SO}_4^{2-}$ dengan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ dan uji regenerasi**

Hidrotalsit Zn/Al sebanyak 0,100 g ditambahkan ke dalam larutan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (0,1326 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  yang telah dilarutkan menggunakan akuades sampai volume 25 mL) dan dialiri dengan gas  $\text{N}_2$  selama 30 menit. Kondisi pH larutan dipertahankan berkisar 6 dan eksperimen dilakukan pada suhu kamar. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet dengan variasi waktu 1, 15, 30 dan 60 menit. Pengadukan dilakukan dalam sistem tertutup.

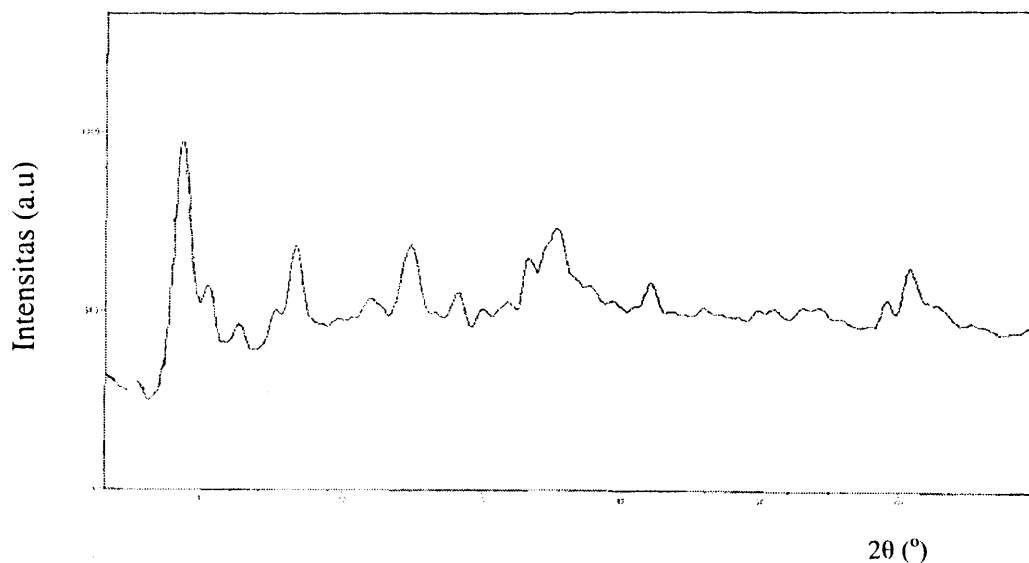
Pemisahan padatan dan filtrat dilakukan dengan sentrifugasi dengan kecepatan 3000 rpm selama 5 menit. Cairan merupakan larutan sampel yang digunakan untuk analisis menggunakan AAS. Larutan diencerkan dengan faktor pengenceran disesuaikan dengan kisaran konsentrasi larutan standar yaitu 0-20 ppm.

Pengujian regenerasi dilakukan dengan prosedur berikut. Larutan  $K_2SO_4$  0,40 N diambil sebanyak 25 mL dan dialiri gas  $N_2$  selama 30 menit. Hidrotalsit Zn-Al- $Cr_2O_7$  ditimbang sebanyak 0,100 g dan ditambahkan ke dalam larutan tersebut. Campuran tersebut dialiri gas  $N_2$  dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 4 jam dalam sistem tertutup. Campuran dipanaskan di dalam botol teflon melalui proses hidrotermal yaitu pada temperatur 100 °C selama 15 jam. Produk berupa padatan dan cairan dipisahkan dengan penyaringan menggunakan corong Buchner dan kertas Whatman No.42. Padatan hasil regenerasi dicuci berulang-ulang menggunakan akuades bebas ion. Padatan dikeringkan dalam oven dengan temperatur 70 °C selama 24 jam. Analisis padatan dilakukan menggunakan XRD dan IR.

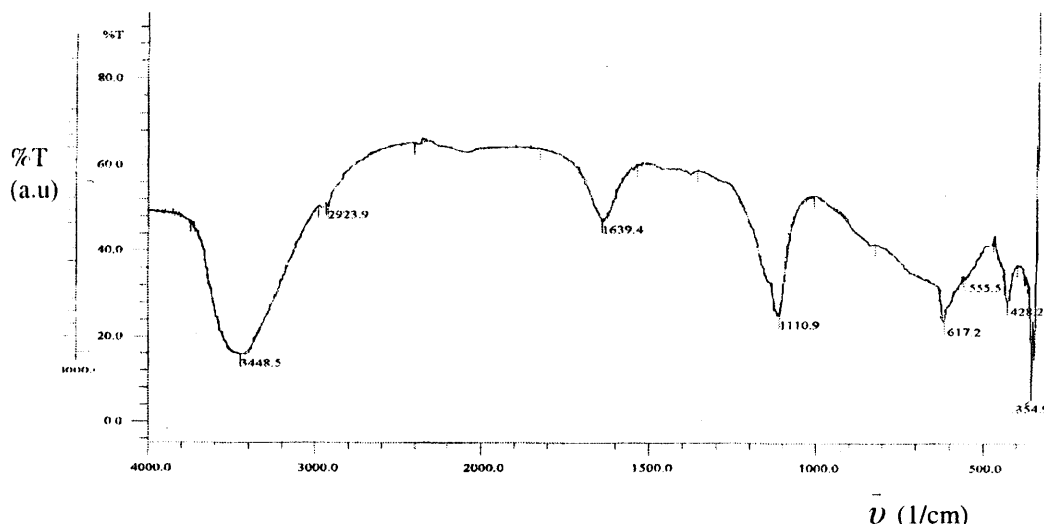
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis Hidrotalsit Zn-Al- $SO_4$

Produk hidrotalsit yang diperoleh berupa padatan berwarna putih. Dari hasil analisis XRD dan IR diketahui bahwa produk hidrotalsit telah terbukti teridentifikasi secara kimia. Karakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dapat memberikan struktur kristal dalam hidrotalsit Zn/Al. Difraktogram hidrotalsit Zn-Al- $SO_4$  hasil sintesis disajikan dalam Gambar 2. Hidrotalsit Zn/Al dengan  $SO_4^{2-}$  sebagai anion penyeimbang dalam ruang antarlapisnya mempunyai *basal spacing*  $d_{003} = 8,58 \text{ \AA}$  (Halcom, 2002). Difraktogram hidrotalsit Zn/Al hasil sintesis memiliki *basal spacing*  $d_{003} = 8,58 \text{ \AA}$ .



Gambar 2. Difraktogram hidrotalsit Zn-Al- $SO_4$  hasil sintesis



Gambar 3 Spektra inframerah hidrotalsit Zn-Al-SO<sub>4</sub> hasil sintesis

Spektra FTIR hidrotalsit Zn-Al-SO<sub>4</sub> disajikan dalam Gambar 3. Serapan kuat pada bilangan gelombang 3448,5 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi *stretching* gugus hidroksi pada lapisan hidrotalsit Zn/Al dan air pada daerah antarlapis vibrasi *bending* molekul air pada daerah antarlapis juga ditunjukkan pada bilangan gelombang 1639,4 cm<sup>-1</sup>. Anion sulfat pada antarlapis dibuktikan dengan serapan kuat dan tajam pada bilangan gelombang 1110,9 cm<sup>-1</sup> dan serapan lemah pada bilangan gelombang 617,2 cm<sup>-1</sup>. Ikatan metal oksida Zn-O-Al ditunjukkan pada bilangan gelombang 428,2 cm<sup>-1</sup> merupakan pola seragam karakteristik hidrotalsit. Menurut Klopogge dkk. (2004) puncak translasi pada Zn-OH ditunjukkan pada 428,2 cm<sup>-1</sup> dan puncak Al-OH tidak dapat diidentifikasi karena sangat lemah. Hasil interpretasi spektra inframerah menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis adalah hidrotalsit Zn-Al-SO<sub>4</sub>.

Analisis dengan AAS dan gravimetri menunjukkan bahwa hidrotalsit Zn/Al mempunyai perbandingan mol Zn/Al 2,85. Nilai tersebut mendekati perbandingan mol

Zn/Al mula-mula yaitu 3:1. berdasarkan analisis kimia seperti tercantum pada tabel 1, maka diketahui komposisi kimia hidrotalsit Zn/Al menghasilkan struktur Zn<sub>0,74</sub>Al<sub>0,26</sub>(OH)<sub>1,74</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>0,13</sub>·0,52H<sub>2</sub>O.

#### Uji pertukaran anion SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> dengan Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup> pada hidrotalsit Zn/Al

Difraktogram pertukaran dengan anion dikromat pada hidrotalsit Zn/Al disajikan dalam Gambar 4. Anion dikromat mempunyai ukuran lebih besar daripada anion sulfat sehingga terjadi pergeseran *basal spacing*. Hidrotalsit dengan anion sulfat mempunyai *basal spacing* d<sub>003</sub> = 8,58 Å bergeser ke 10,96 Å setelah penukaran ion. Intensitas difraksi tidak mengalami perubahan yang signifikan, yang berarti kristalinitas tetap.

Spektra inframerah hasil penukaran anion sulfat dengan dikromat disajikan dalam Gambar 5. Puncak pada bilangan gelombang 1118,71 cm<sup>-1</sup> mempunyai intensitas lebih rendah daripada 1110,9 cm<sup>-1</sup>. Hal ini menunjukkan anion sulfat tidak tertukar sempurna oleh anion dikromat. Keberadaan puncak baru pada 1357,89 cm<sup>-1</sup>

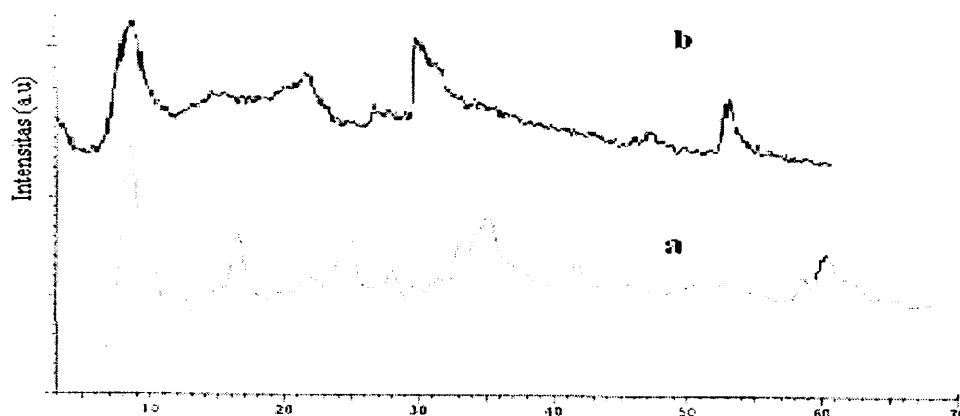
<sup>1</sup> membuktikan ion karbonat masuk pada ruang antarlapis hidrotalsit saat pertukaran anion.

Kemampuan untuk melakukan penukaran anion ditentukan oleh jenis anion yang berhubungan erat dengan ukuran. Hasil analisis dengan AAS menunjukkan bahwa kapasitas pertukaran anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  adalah 216,84 meq/100 g. Kapasitas pertukaran anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  lebih rendah daripada anion  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ . Hal ini

dipengaruhi oleh ukuran ion dikromat yang lebih besar daripada ferrosianida. Semakin besar ukuran maka anion lebih sulit masuk ke dalam antarlapis untuk mengganti anion mula-mula. Anion dengan ukuran lebih kecil lebih mudah masuk ke antarlapis untuk menggantikan anion sehingga mempunyai kapasitas pertukaran yang lebih besar daripada anion yang berukuran lebih besar.

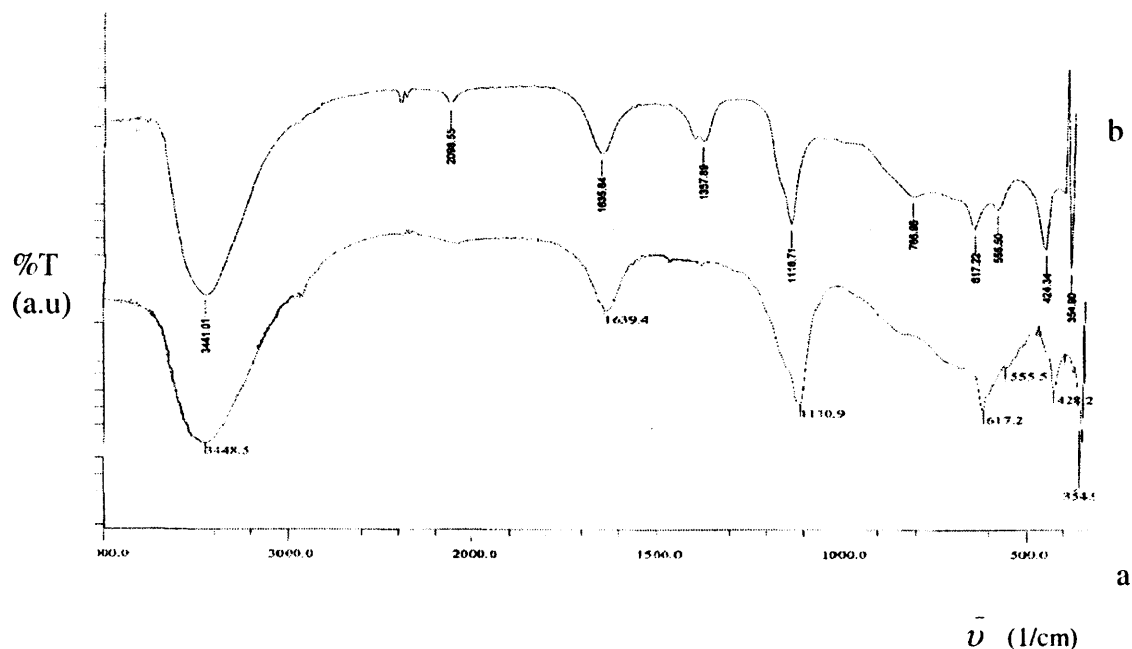
**Tabel 1. Komposisi kimia hidrotalsit Zn/Al**

Senyawa	Zn %b/b (mol)	Al %b/b (mol)	$\text{SO}_4$ %b/b (mol)	$\text{H}_2\text{O}$ %b/b (mol)
Zn/Al hidrotalsit	15,240 (0,74)	2,133 (0,26)	13,000 (0,13)	14,120 (2,50)



**Gambar 4. Difraktogram hidrotalsit Zn/Al perbandingan hasil pertukaran anion  $\text{SO}_4^{2-}$  dengan dikromat (a) hidrotalsit Zn/Al hasil sintesis, (b) hidrotalsit Zn/Al hasil pertukaran anion  $\text{SO}_4^{2-}$  dengan dikromat**





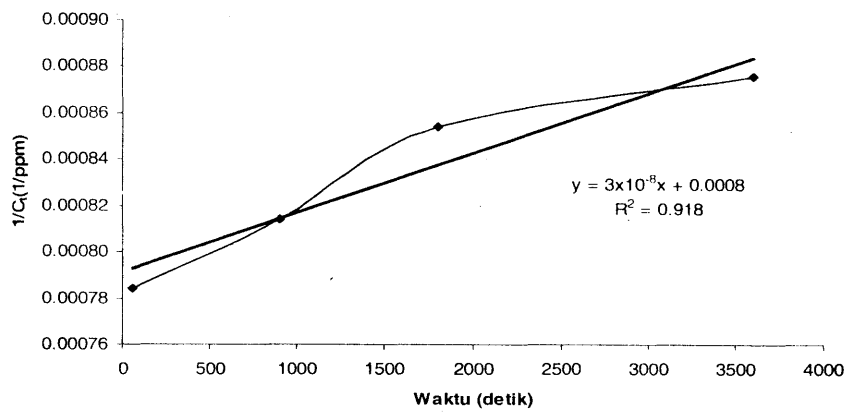
**Gambar 5. Spektra inframerah perbandingan hidrotalsit Zn/Al hasil pertukaran anion  $\text{SO}_4^{2-}$  dengan dikromat (a) hidrotalsit Zn/Al dengan anion sulfat, (b) hidrotalsit Zn/Al hasil pertukaran anion  $\text{SO}_4^{2-}$  dengandikromat**

#### Studi kinetika pertukaran anion $\text{SO}_4^{2-}$ dengan $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$

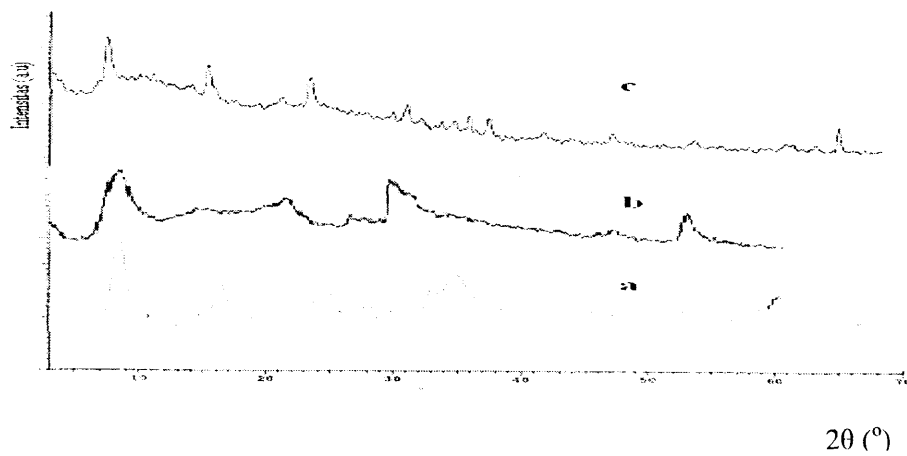
Pengamatan pertukaran anion sulfat dengan  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  dilakukan dengan memantau jumlah krom sisa dalam larutan sebagai fungsi waktu. Hasil menunjukkan terjadi penurunan konsentrasi dikromat sisa dan fenomena ini seperti pertukaran sulfat dengan  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (II) yaitu terjadi penurunan konsentrasi  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  yang tersisa selama reaksi berlangsung. Jika pertukaran anion sulfat oleh anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  mengikuti orde dua maka grafik  $1/C_t$  lawan  $t$  harus menghasilkan hubungan yang linear (Atkins, 1986). Gambar 6 menunjukkan

bahwa grafik  $1/C_t$  lawan  $t$  memberi hubungan linear dengan  $R^2 = 0,918$ . Jika dibandingkan dengan reaksi orde dua maka grafik orde dua lebih linear daripada orde satu dengan  $R^2 = 0,9119$ . Jadi, kinetika pertukaran anion sulfat oleh anion  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  mengikuti persamaan reaksi orde dua dengan  $k = 3 \times 10^{-8} \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{detik}^{-1}$ .

Orde reaksi penukaran ion berbeda tergantung pada jenis anion penukar. Hal ini terlihat pada anion heksasianoferrat (II) dan dikromat. Kinetika pertukaran anion sulfat dengan heksasianoferrat (II) mengikuti orde satu sedangkan anion dikromat mengikuti orde dua.



Gambar 6. Grafik  $1/C_t$  lawan  $t$  untuk reaksi pertukaran anion sulfat oleh  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$



Gambar 7. Difraktogram  $\text{Zn-Al-Cr}_2\text{O}_7$  hasil regenerasi dengan  $\text{SO}_4^{2-}$  (a) hidrotalsit Zn/Al dengan sulfat, (b) hidrotalsit Zn/Al hasil pertukaran dengan dikromat, (c) hidrotalsit Zn/Al setelah regenerasi dengan  $\text{SO}_4^{2-}$

**Tabel 2 Serapan inframerah hasil regenerasi Zn-Al-Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dengan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>**

Keterangan	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )		
	Hidrotalsit Zn/Al	Hasil pertukaran anion dikromat	Hasil regenerasi
Vibrasi OH <i>stretching</i>	3448,50	3456,20	3448,72
Vibrasi H <sub>2</sub> O	1639,40	1620,10	1635,64
Vibrasi CO <sub>3</sub>	-	1357,89	1365,60
Vibrasi SO <sub>4</sub>	1110,90	1118,71	1118,71
Vibrasi SO <sub>4</sub>	617,20	617,32	617,22
Ikatan Zn-O-Al	428,20	434,34	432,05

### Regenerasi hidrotalsit Zn-Al-Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dengan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

Pola XRD Zn-Al-Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> setelah regenerasi dengan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ditunjukkan pada Gambar 7. Pergeseran sudut difraksi ke kiri setelah pertukaran anion dan *basal spacing*  $d_{003} = 8,58 \text{ \AA}$  yang menunjukkan *basal spacing* Zn-Al yang mengandung sulfat. Intensitas pola difraksi hasil regenerasi mengalami penurunan dibandingkan senyawa sebelum regenerasi. Penurunan intensitas berarti kristalinitas menurun.

Spektra IR hasil regenerasi Zn-Al-Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> dengan SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> ditunjukkan oleh tabel 2. Spektra mengindikasikan bahwa terjadi pengurangan H<sub>2</sub>O, yang dibuktikan dengan penurunan ketajaman puncak. Regenerasi Zn-Al-Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> menggunakan anion sulfat dapat dibuktikan dengan puncak tajam pada bilangan gelombang 1118,71 cm<sup>-1</sup> dan 617,22 cm<sup>-1</sup>. Ikatan Zn-O-Al setelah regenerasi tidak mengalami perubahan secara signifikan.

Berdasarkan uraian tersebut maka anion dikromat dapat ditukar kembali dan berarti hal ini produk hidrotalsit dapat diregenerasi untuk selanjutnya digunakan kembali sebagai penukar anion.

### KESIMPULAN

Hidrotalsit Zn/Al dengan struktur yang memiliki rumus kimia Zn<sub>0,74</sub>Al<sub>0,26</sub>(OH)<sub>1,74</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>0,13</sub>·0,52H<sub>2</sub>O telah berhasil disintesis dengan kemampuan sebagai suatu penukar anion yang memiliki kemampuan daya regenerasi. Potensi ini telah diuji secara kuantitatif dengan kapasitas pertukaran anion dikromat 216,84 meq/ 100 g. Kinetika reaksi pertukaran untuk dikromat mengikuti orde dua dengan  $k = 3 \times 10^{-8} \text{ ppm}^{-1} \cdot \text{detik}^{-1}$ .

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada DIKTI – Depdiknas yang telah memberikan dana melalui Grant Penelitian Fundamental – untuk tahun anggaran 2007.

### DAFTAR PUSTAKA

- Albers, E.W., Burkhead, Jr. dan Harry, W., 1999, *Hydrotalcite Sulfur Oxide Sorption*, 5928496, United States Patent.

- Atkins, P.W., 1986, *Physical Chemistry*, 3rd edition, W.H. Freeman & Corp., New York.
- Bish, D.L., 1980, Anion-exchange in Takovite: Applications to Other Hydroxide Minerals, *Bull.Mineral*, 103, 170-175.
- Cavani, F., Trifiro, F., dan Vaccari, A., 1991, Hydrotalcite Type Anionic Clays: Preparation, Properties and Application, *Catal. Today*, 11, 173-301.
- Frost, R.L., Musumeci, A.W., Klopogge, J.T., Weier, M.L., Adebajo, M.O. dan Martens, W., 2006, Thermal Decomposition of Hydrotalcite with Hexacyanoferrate(II) and Hexacyanoferrate(III) Anions in the Interlayer, *J. Thermal Anal. Calorimetry*, 86(1), 205-209.
- Halcom, F.M., 2002, *Layered Double Hydroxides: Morphology, Interlayer Anion and The Origin of Life*, Dissertation, University of North Texas.
- Klopogge, J.T., Weier, M., Crespo, I., Ulibarri M.A., Barriga C., Rives V., Martens, W.M. dan Frost, R.L., 2004, Intercalation of Iron Hexacyano Complexes in Zn,Al-Hydrotalcite. Part 2. An Mid-infrared and Raman Spectroscopic Study, *J. Solid State Chem.*, 177, 1382-1387.
- Kustiani, S., 2005, *Pengaruh Asam Humat, Cr(III) dan Cr(VI) terhadap Pertumbuhan Selada (Lactuca satival)*, Skripsi, FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Manahan, S.E., 2000, *Environmental Chemistry*, 7<sup>th</sup> edition, Lewis Publishers, USA.
- Miyata, S., 1983, Anion Exchange Properties of Hydrotalcite-Like Compounds, *Clays and Clay Minerals*, 31, 4, 305-311.
- Reny, F., 2007, *Mg-Al Layered Double Hydroxide: A Potential Nanofiller and Flame-Retardant for Polyethylene*, Dissertation, Technischen Universit'at Dresden, Deutsche.
- Roto, Tahir, I., dan Mustofa, M., 2006, *Penyusunan Bahan Biomaterial, Program Penelitian dan Pengembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi : Analisis Pengembangan Litbangrap Ilmu Pengetahuan dan Teknologi Nano*, Jurusan Kimia FMIPA UGM bekerja sama dengan Deputi Pengembangan Riset IPTEK Kementrian Negara Riset dan Teknologi, Yogyakarta.
- Sasaki, T., Liu, Z., Ma, R., Osada, M., Iyi, N., Ebina, Y., dan Takada, K., 2005, Synthesis, Anion Exchange, and Delamination of Co-Al Layered Double Hydroxide: Assembly of the Exfoliated Nanosheet/Polyanion Composite Films and Magneto-Optical Studies, *JACS articles*, 128, 4872-4880.
- Wijayadi, E. N., 2008, *Sintesis Zn/Al Hydrotalcite Terinterkalasi Fosfat dan Aplikasinya pada Adsorpsi Ion  $Cr^{3+}$* , Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta.